

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le

29 JUIN 2004

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Martine PLANCHE', is enclosed in an oval shape.

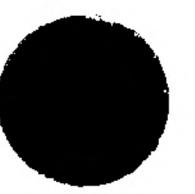
Martine PLANCHE

### PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIETE  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

N° 11354\*03

**BR1**

### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

#### page 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DD 540 e V / 210502

<b>REMISE DES PIÈCES</b> <b>DATE</b> <b>75 INPI PARIS</b> <b>LIEU</b> <b>0300154</b> <b>N° D'ENREGISTREMENT</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI <b>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE</b> PAR L'INPI <b>25 JUIL. 2003</b>		<b>1</b> <b>NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE  <b>CABINET NETTER</b> 36 avenue Hoche 75008 PARIS	
<b>Vos références pour ce dossier</b> <i>(facultatif)</i> ONERA 306 (120889)			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b>		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>		N°	Date <input type="text"/>
		N°	Date <input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		N°	Date <input type="text"/>
<b>3 TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de brasage d'un alliage Ti-Al			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> <b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE</b> <b>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE</b> <b>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>			
		Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N°	
		<input type="checkbox"/> <b>S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</b>	
<b>5 DEMANDEUR</b> (Cochez l'une des 2 cases)			
<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale		<input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		ONERA (Office National d'Etudes et de Recherches aérospatiales)	
Prénoms			
Forme juridique		Etablissement Public à caractère industriel et commercial	
N° SIREN		<input type="text"/>	
Code APE-NAF		<input type="text"/>	
Domicile ou siège	Rue	29 avenue de la Division Leclerc	
	Code postal et ville	92320 CHATILLON	
	Pays	FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		N° de télécopie <i>(facultatif)</i>	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		<input type="checkbox"/> <b>S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</b>	

Remplir impérativement la 2<sup>me</sup> page



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 2/2

BR2

REMISE DES PIÈCES		Réserve à l'INPI
DATE		75 INPI PARIS
LIEU	0309154	
N° D'ENREGISTREMENT		
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		

DB 540 W / 210502

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b>																							
<table border="1"> <tr> <td>Nom</td> <td>ROUSSSET</td> </tr> <tr> <td>Prénom</td> <td>Jean-Claude</td> </tr> <tr> <td>Cabinet ou Société</td> <td>Cabinet NETTER</td> </tr> <tr> <td>N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Adresse</td> <td> <table border="1"> <tr> <td>Rue</td> <td>36 avenue Hoche</td> </tr> <tr> <td>Code postal et ville</td> <td>75100 PARIS</td> </tr> <tr> <td>Pays</td> <td>France</td> </tr> </table> </td> </tr> <tr> <td>N ° de téléphone (facultatif)</td> <td>01 58 36 44 22</td> </tr> <tr> <td>N ° de télécopie (facultatif)</td> <td>01 42 25 00 45</td> </tr> <tr> <td>Adresse électronique (facultatif)</td> <td></td> </tr> </table>		Nom	ROUSSSET	Prénom	Jean-Claude	Cabinet ou Société	Cabinet NETTER	N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		Adresse	<table border="1"> <tr> <td>Rue</td> <td>36 avenue Hoche</td> </tr> <tr> <td>Code postal et ville</td> <td>75100 PARIS</td> </tr> <tr> <td>Pays</td> <td>France</td> </tr> </table>	Rue	36 avenue Hoche	Code postal et ville	75100 PARIS	Pays	France	N ° de téléphone (facultatif)	01 58 36 44 22	N ° de télécopie (facultatif)	01 42 25 00 45	Adresse électronique (facultatif)	
Nom	ROUSSSET																						
Prénom	Jean-Claude																						
Cabinet ou Société	Cabinet NETTER																						
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel																							
Adresse	<table border="1"> <tr> <td>Rue</td> <td>36 avenue Hoche</td> </tr> <tr> <td>Code postal et ville</td> <td>75100 PARIS</td> </tr> <tr> <td>Pays</td> <td>France</td> </tr> </table>	Rue	36 avenue Hoche	Code postal et ville	75100 PARIS	Pays	France																
Rue	36 avenue Hoche																						
Code postal et ville	75100 PARIS																						
Pays	France																						
N ° de téléphone (facultatif)	01 58 36 44 22																						
N ° de télécopie (facultatif)	01 42 25 00 45																						
Adresse électronique (facultatif)																							
<b>7 INVENTEUR (S)</b>																							
<p>Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques</p> <table border="1"> <tr> <td>Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes</td> <td><input type="checkbox"/> Oui</td> </tr> <tr> <td></td> <td><input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)</td> </tr> </table>		Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes	<input type="checkbox"/> Oui		<input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)																		
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes	<input type="checkbox"/> Oui																						
	<input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)																						
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>																							
<p>Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)</p> <table border="1"> <tr> <td>Etablissement immédiat ou établissement différé</td> <td><input checked="" type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td></td> <td><input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)</td> <td> <p>Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt</p> <table border="1"> <tr> <td><input type="checkbox"/> Oui</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Non</td> </tr> </table> </td> </tr> </table>		Etablissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)	<p>Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt</p> <table border="1"> <tr> <td><input type="checkbox"/> Oui</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Non</td> </tr> </table>	<input type="checkbox"/> Oui	<input type="checkbox"/> Non														
Etablissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/>																						
	<input type="checkbox"/>																						
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)	<p>Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt</p> <table border="1"> <tr> <td><input type="checkbox"/> Oui</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Non</td> </tr> </table>	<input type="checkbox"/> Oui	<input type="checkbox"/> Non																				
<input type="checkbox"/> Oui																							
<input type="checkbox"/> Non																							
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>																							
<p>Uniquement pour les personnes physiques</p> <table border="1"> <tr> <td><input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Obtenu antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG <input type="text"/></td> </tr> </table>		<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)	<input type="checkbox"/> Obtenu antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG <input type="text"/>																				
<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)																							
<input type="checkbox"/> Obtenu antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG <input type="text"/>																							
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b>																							
<p><input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences</p> <table border="1"> <tr> <td>Le support électronique de données est joint</td> <td><input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe</td> <td><input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes</td> <td></td> </tr> </table>		Le support électronique de données est joint	<input type="checkbox"/>	La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe	<input type="checkbox"/>	Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes																	
Le support électronique de données est joint	<input type="checkbox"/>																						
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe	<input type="checkbox"/>																						
Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes																							
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>																							
<p>Paris, le 25 juillet 2003 Jean-Claude ROUSSSET n° conseil 92-1217 (B)(M)</p>																							
<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>																							
<p>C. CONTE</p>																							

Procédé de brasage d'un alliage Ti-Al

5 L'invention concerne un procédé pour fixer à la surface d'une première pièce en un premier matériau métallique un second matériau métallique en faisant fondre une brasure adaptée au second matériau, le premier matériau étant un alliage intermétallique Ti-Al.

10 L'alliage intermétallique  $\gamma$ -TiAl présente l'avantage, par rapport à d'autres alliages à base de titane, tels que l'alliage connu sous la dénomination TA6V, et aux alliages à base de nickel, utilisés habituellement pour fabriquer des composants de moteurs aéronautiques, de posséder une faible masse volumique, pour une résistance mécanique comparable à celle des aciers et des alliages de nickel précités, ce qui permet une réduction importante de la masse embarquée et donc de la consommation spécifique.

15 20 Cependant, les alliages intermétalliques de type TiAl ne peuvent être vissés, boulonnés ou rivetés sans risque de fissuration car ils sont fragiles à froid. Il est donc nécessaire d'utiliser une autre technique de liaison, à savoir collage, soudage ou brasage. Les assemblages collés ne peuvent être utilisés à des températures supérieures à 150 °C. Le soudage exige une compatibilité entre les matériaux à souder, qui n'existent pas par exemple entre les alliages à base de titane et les alliages à base de nickel, de cobalt et/ou de fer. Quant au brasage de ces mêmes matériaux, il se heurte à des difficultés du fait que le titane forme avec le nickel, le cobalt et le fer des eutectiques à bas points de fusion. Il est donc nécessaire d'avoir recours au brasage-diffusion.

25 30 35 US 4 869 421 A et EP 0 904 881 A décrivent des procédés de brasage limités à la liaison de deux pièces en aluminure de titane. US 5 318 214 A décrit un procédé de brasage appliqué notamment à l'assemblage d'une pièce en  $Ti_3Al$  et d'une pièce

en alliage de nickel commercialisé sous la dénomination Hastelloy X. Cependant, les présents inventeurs n'ont pas été en mesure d'obtenir une liaison en reproduisant le mode opératoire décrit dans ce document, Ti<sub>3</sub>Al étant remplacé par 5 γ-TiAl.

Le but de l'invention est de réaliser une liaison par brasage entre un premier matériau métallique qui est un alliage Ti-Al quelconque et un second matériau métallique qui peut être 10 notamment un alliage de nickel, de cobalt, de fer ou de titane.

L'invention vise notamment un procédé du genre défini en introduction, et prévoit qu'on interpose une couche de nickel 15 entre ladite première pièce et la brasure.

Des caractéristiques optionnelles de l'invention, complémentaires ou de substitution, sont énoncées ci-après:

- 20 - Le second matériau est sous forme d'une seconde pièce préexistante et dans lequel on presse la couche de nickel et la brasure entre les première et seconde pièces.
- Le second matériau est sous forme d'un revêtement qu'on applique sur l'ensemble formé par la première pièce, la couche de nickel et la brasure.
- 25 - La couche de nickel est sous forme d'une feuille préexistante.
- 30 - La couche de nickel est sous forme d'un revêtement.
- Le revêtement de nickel est déposé par voie électrolytique.
- 35 - La couche de nickel a une épaisseur d'au moins 30 µm et de préférence d'au moins 40 µm.
- Le second matériau est un alliage à base de nickel.

- On porte l'ensemble à traiter à une température supérieure à la température de fusion de la brasure pendant au moins dix minutes sous vide.

5 - On opère sous une pression résiduelle inférieure à  $10^{-3}$  Pa.

L'invention a également pour objet une pièce métallique composite telle qu'on peut l'obtenir par le procédé tel que défini ci-dessus, comprenant un substrat en un alliage intermétallique Ti-Al, recouvert d'une multiplicité de couches successives, à savoir une première couche contenant les phases  $\alpha_2$ - $Ti_3Al$ ,  $\tau_2$ - $Ti_2AlNi$  et  $\tau_3$ - $TiAlNi$ , des seconde, troisième et quatrième couches formées respectivement des phases  $\tau_4$ - $TiAlNi_2$  et  $\gamma'$ - $Ni_3Al$  et de nickel, et une cinquième couche de brasure reliant la quatrième couche à un autre matériau métallique.

La pièce selon l'invention peut comporter au moins certaines des particularités suivantes:

20 - Ladite première couche contient des îlots de  $\alpha_2$ - $Ti_3Al$  dispersés dans une matrice polyphasée comprenant  $\tau_2$ - $Ti_2AlNi$  et  $\tau_3$ - $TiAlNi$ .

25 - Ladite première couche comprend une première sous-couche de  $\alpha_2$ - $Ti_3Al$  et une seconde sous-couche polyphasée comprenant  $\tau_2$ - $Ti_2AlNi$  et  $\tau_3$ - $TiAlNi$ .

30 - Ladite première couche comprend une première sous-couche de  $\alpha_2$ - $Ti_3Al$ , une seconde sous-couche de  $\tau_2$ - $Ti_2AlNi$  et une troisième sous-couche de  $\tau_3$ - $TiAlNi$ .

35 - Ledit autre matériau métallique est un alliage à base de nickel.

Les caractéristiques et avantages de l'invention sont exposés plus en détail dans la description ci-après, avec référence aux dessins annexés.

La figure 1 est une vue en coupe schématique montrant deux pièces métalliques à assembler entre lesquelles sont interposées deux feuilles métalliques utilisées pour l'assemblage par le procédé selon l'invention.

5

La figure 2 est une vue analogue à la figure 1, montrant l'assemblage obtenu par le procédé selon l'invention.

Les deux pièces à assembler représentées sur la figure 1 sont 10 une pièce 1 en aluminiure de titane et une pièce 4 en alliage à base de nickel. Selon l'invention, on dépose la pièce 1 sur un clinquant de nickel 2 dont l'épaisseur est de préférence d'au moins 40 µm. L'ensemble est ensuite déposé sur un feuillard 3 d'une brasure classique qui peut être par exemple 15 l'un des alliages connus sous les désignations TiCuNi 70, TiNi 67 et MBF 1006, ou du borure de nickel BNi<sub>3</sub> ou l'eutectique argent-cuivre, et le tout est déposé sur la pièce 4. On place l'empilement obtenu dans un four sous vide d'air dont la pression résiduelle est inférieure à 10<sup>-3</sup> Pa et on chauffe 20 à une température supérieure au point de fusion de la brasure 3. Pour améliorer la qualité du joint brasé, on peut soumettre l'empilement à une légère compression. Une durée du palier de température d'environ une heure permet d'obtenir 25 une solidification de la brasure par diffusion de ses constituants dans les autres couches (solidification isotherme), conduisant à la structure représentée sur la figure 2.

Sur la figure 2, une couche d'interdiffusion 5 adjacente au substrat d'aluminiure de titane 1 est formée d'îlots de 30 α<sub>2</sub>-Ti<sub>3</sub>Al 5-1 dispersés dans une matrice polyphasée 5-2 contenant les phases τ<sub>2</sub>-Ti<sub>2</sub>AlNi et τ<sub>3</sub>-TiAlNi. La couche 5 est suivie d'une couche continue 6 de la phase τ<sub>4</sub>-TiAlNi<sub>2</sub> puis d'une couche continue 7 de γ'-Ni<sub>3</sub>Al, elle-même adjacente à la couche 2 de nickel pur. Entre cette dernière et la pièce 4 35 est interposée une couche 8 résultant de la diffusion des éléments de la brasure dans la couche 2 et dans la pièce 4.

Exemple 1

Cet exemple illustre le brasage d'une pièce en alliage  $\gamma$ -TiAl et d'une pièce en un alliage de nickel commercialisé sous la 5 dénomination Nimonic 75. Pour ce faire, on insère une feuille de nickel de 60  $\mu\text{m}$  d'épaisseur entre une brasure de TiCuNi et la pièce en aluminure de titane, la pièce en alliage de nickel étant directement au contact de la brasure. L'ensemble est porté, sous une pression de 5 kPa, à une température de 10 1050 °C sous un vide meilleur de  $10^{-3}$  Pa pendant deux heures. À l'interface TiAl/nickel, de l'aluminium migre depuis TiAl vers le nickel. Il se forme ainsi quatre couches contenant respectivement 35 %, 39 %, 26 % et 13 % d'aluminium en atomes. Il en résulte un ensemble stable et exempt de 15 fissures. Le titane ne semble pas avoir diffusé vers la brasure, sa teneur étant de 60 % en atomes à l'interface TiAl/Ni.

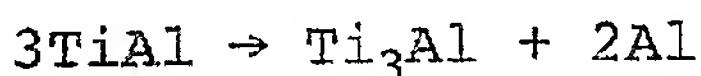
La feuille de nickel évite la diffusion de l'aluminium vers 20 l'alliage de nickel. La brasure présente des précipités peu nombreux répartis de façon non homogène. Elle est constituée de plusieurs phases de compositions différentes, enchevêtrées les unes dans les autres, à savoir :

- 25 - une phase gris foncé de composition atomique Ti 54 %, Ni 30 %, Cr 10 % ;
- une phase gris clair et une phase blanche, de compositions respectives Ni 45,5 %, Ti 38 % et Ni 62,5 %, Ti 26 %, 30 correspondant aux phases TiNi et  $\text{Ti}_3\text{Ni}$  du diagramme binaire Ti-Ni ; et
- une phase noire de composition Ti 87 %, Ni 9 % ( $\beta$ -Ti).

35 Du nickel diffuse de l'alliage de nickel vers la brasure, comme le montre la présence de précipités de chrome pur à l'endroit de l'interface initiale. Une phase est également présente contenant du nickel, du titane et du chrome ( $\alpha$ Ti +  $\eta$ - $\text{Ni}_3\text{Ti}$  +  $\gamma$ -NiCr), le titane pouvant provenir soit de la

brasure, soit du TiAl, vraisemblablement de ce dernier, la zone de fusion de la brasure étant appauvrie en titane. Le brasage fait appel aux réactions suivantes :

5 du côté de l'aluminure de titane



et du côté de l'alliage de nickel



soit la réaction globale



Le gradient de concentration en titane qui en résulte se manifeste par la présence de différents composés définis le long du chemin de diffusion, constituant les couches 5 à 7 décrites plus haut en relation avec la figure 2. On est en 15 présence d'un équilibre thermodynamique.

Des échantillons brasés ont été vieillis sous argon à 800 °C pendant 150 heures. La structure de l'interface alliage de nickel/brasure reste inchangée. La distance entre l'alliage 20 et la feuille de nickel diminue de 120 à 75 µm. Le front de diffusion du nickel a donc progressé. L'interface TiAl/nickel ne s'est pas déplacée, ce qui montre que la feuille de nickel arrête efficacement la diffusion de l'aluminium. L'homogénéité de la brasure est augmentée par le vieillissement.

25

Aucune évolution de l'interface alliage de nickel/brasure n'est constatée lorsque la durée de vieillissement est portée à 300 heures. La phase Ti-Ni-Cr, déjà réduite après 150 heures, est alors totalement redissoute dans sa matrice. Il 30 ne reste donc dans la matrice Ni<sub>3</sub>Ti que des précipités de chrome.

Des essais mécaniques de cisaillements ont donné des valeurs de résistance  $\tau = 221,4 \pm 7,5$  MPa. Un examen métallographique 35 après essai montre que les pièces brasées ne sont pas désolidarisées, mais que la fissuration produite a été déviée, de sorte qu'elle ne rendrait pas inutilisable un objet industriel obtenu selon cet exemple. Ceci indique que la couche de nickel joue le rôle d'un amortisseur qui absorbe

les contraintes thermomécaniques (par exemple dilatation) ou purement mécanique (cisaillage, fatigue).

Le remplacement de la brasure TiCuNi par un ruban de TiNi 67  
5 conduit à une liaison ayant sensiblement la même structure.

### Exemple 2

On procède comme dans l'exemple 1 en remplaçant la feuille de  
10 nickel par un dépôt électrolytique de nickel. Pour ce faire,  
on fait subir à l'aluminiure de titane un prétraitement par  
sablage suivi d'une activation dans une solution aqueuse  
contenant 40 % d'acide nitrique et 3, 6 % d'acide fluorhydri-  
que en masse. Le dépôt est effectué dans une solution de  
15 sulfamate de nickel bain mort prêt à l'emploi commercialisé  
par la Société Frappaz-Imaza, à une température de 45 °C et  
sous une densité de courant de 3 A/dm<sup>2</sup>. Des essais préliminai-  
res ayant montré que l'épaisseur de nickel devaient être au  
moins de 30 µm, on a choisi une valeur de 40 µm.

20 À l'issue du traitement de brasage, on obtient la même  
succession de couches que dans l'exemple 1, quelle que soit  
la brasure utilisée, TiCuNi 70 ou TiNi 67.

### Exemple 3

En procédant comme dans l'exemple 2, on dépose une couche de  
nickel d'une épaisseur d'environ 50 µm sur une pièce en un  
alliage de nickel commercialisé sous la dénomination Hastel-  
loy X. On utilise comme brasure l'eutectique argent-cuivre  
30 dont le point de fusion est 790 °C. Les points de fusion des  
différents eutectiques qui peuvent se former avec le titane  
sont les suivants : Ag-Ti 960 °C, fusion non eutectique, Cu-  
Ti 885 °C et 960 °C, NiTi 942 °C. La feuille de brasure est  
35 interposée entre le revêtement de nickel et une pièce en  
 $\gamma$ -TiAl et l'ensemble est porté à une température de 820 °C,  
inférieure de 65 °C au plus bas des points de fusion ci-

dessus, sous une pression mécanique de 5 kPa et un vide meilleur que  $10^{-3}$  Pa pendant une heure. À l'issue de ce traitement, l'examen métallographique montre une liaison parfaite présentant les mêmes couches contenant Ti et Al que précédemment, et, en contact avec l'alliage de nickel, une couche de AgCu suivie d'une couche de NiCuAg. Si on remplace la brasure Ag-Cu par de l'argent pur, avec une pression d'accostage d'environ 1 MPa, la couche adjacente à l'alliage de nickel et de l'argent, suivie d'une couche de  $\gamma$ -Ni.

10

Dans les deux cas, la couche de nickel, en équilibre thermodynamique avec l'aluminiure de nickel, agit en absorbant les contraintes mécaniques comme indiqué plus haut.

15 Exemple 4

Cet exemple concerne le brasage de  $\gamma$ -TiAl avec un alliage de nickel commercialisé sous la dénomination N 18, et vise à résoudre le problème difficile, compte tenu de la fragilité à froid des alliages de type  $\gamma$ -TiAl, de la fixation des aubes mobiles de compresseurs de turbines aéronautiques sur des disques en alliage N 18, ce dernier étant un alliage à base de nickel contenant en masse 15,5 % de cobalt, 11,5 % de chrome, 6,5 % de molybdène, 4,3 % d'aluminium, 4,3 % de titane et des traces de zirconium, de carbone, de bore et de hafnium.

On procède comme dans l'exemple 2 en remplaçant l'alliage Nimonic 75 par l'alliage N 18 et en utilisant comme brasure TiNi 67. À l'issue de ce traitement, l'interface TiAl/Ni est semblable à celle obtenue dans les exemples précédents. La zone de diffusion entre l'alliage de nickel et la brasure est composée de précipités de titane et de phase chrome-molybdène. L'assemblage peut fonctionner à des températures de 35 800 °C pendant plus de 300 heures.

Exemple 5

Cet exemple illustre la formation sur une pièce en  $\gamma$ -TiAl d'une barrière de protection contre l'oxydation et la 5 corrosion à chaud.

On réalise un revêtement de nickel sur un échantillon de  $\gamma$ -TiAl comme décrit dans l'exemple 2, et on recouvre ce revêtement d'une feuille de brasure TiNi 67, puis d'une 10 feuille d'une épaisseur de 0,1 mm obtenue par frittage à partir d'un alliage de type MCrAlY disponible sous la dénomination AMDRY 997, qui est un alliage à base de nickel contenant en masse 23 % de cobalt, 20 % de chrome, 8,5 % 15 d'aluminium, 4 % de tantale et 0,6 % d'yttrium. Un traitement thermique sous vide est effectué comme décrit dans l'exemple 2. À l'issue de ce traitement, l'examen métallographique montre une liaison parfaite présentant la séquence de couches déjà décrite du substrat TiAl jusqu'à la feuille de nickel. La feuille de MCrAlY est fortement adhérente et peut ainsi 20 assurer une protection contre l'oxydation et la corrosion à chaud, notamment en présence de phases condensées ou non contenant du chlore.

En variante, l'alliage MCrAlY, au lieu d'être appliqué sous 25 forme d'une feuille, peut être projeté au moyen d'une torche à plasma comme connu en soi.

Revendications

1. Procédé pour fixer à la surface d'une première pièce (1) en un premier matériau métallique un second matériau métallique (4) en faisant fondre une brasure (3) adaptée au second matériau, le premier matériau étant un alliage intermétallique Ti-Al, caractérisé en ce qu'on interpose une couche de nickel (2) entre ladite première pièce (1) et la brasure (3).  
10 2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le second matériau est sous forme d'une seconde pièce préexistante (4) et dans lequel on presse la couche de nickel (2) et la brasure (3) entre les première et seconde pièces (1, 4).
- 15 3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le second matériau est sous forme d'un revêtement qu'on applique sur l'ensemble formé par la première pièce, la couche de nickel et la brasure.
- 20 4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la couche de nickel est sous forme d'une feuille préexistante (2).
- 25 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel la couche de nickel est sous forme d'un revêtement.
- 30 6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel le revêtement de nickel est déposé par voie électrolytique.
- 35 7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la couche de nickel (2) a une épaisseur d'au moins 30 µm et de préférence d'au moins 40 µm.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le second matériau est un alliage à base de nickel.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel on porte l'ensemble à traiter à une température supérieure à la température de fusion de la brasure pendant au moins dix minutes sous vide.

5

10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel on opère sous une pression résiduelle inférieure à  $10^{-3}$  Pa.

11. Pièce métallique composite telle qu'on peut l'obtenir par le procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant un substrat (1) en un alliage intermétallique Ti-Al, recouvert d'une multiplicité de couches successives, à savoir une première couche (5) contenant les phases  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al,  $\tau_2$ -Ti<sub>2</sub>AlNi et  $\tau_3$ -TiAlNi, des seconde, troisième et quatrième couches (6, 7, 2) formées respectivement des phases  $\tau_4$ -TiAlNi<sub>2</sub> et  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al et de nickel, et une cinquième couche (8) de brasure reliant la quatrième couche (2) à un autre matériau métallique (4).

10

15

20

12. Pièce selon la revendication 11, dans laquelle ladite première couche (5) contient des îlots (5-1) de  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al dispersés dans une matrice polyphasée (5-2) comprenant  $\tau_2$ -Ti<sub>2</sub>AlNi et  $\tau_3$ -TiAlNi.

25

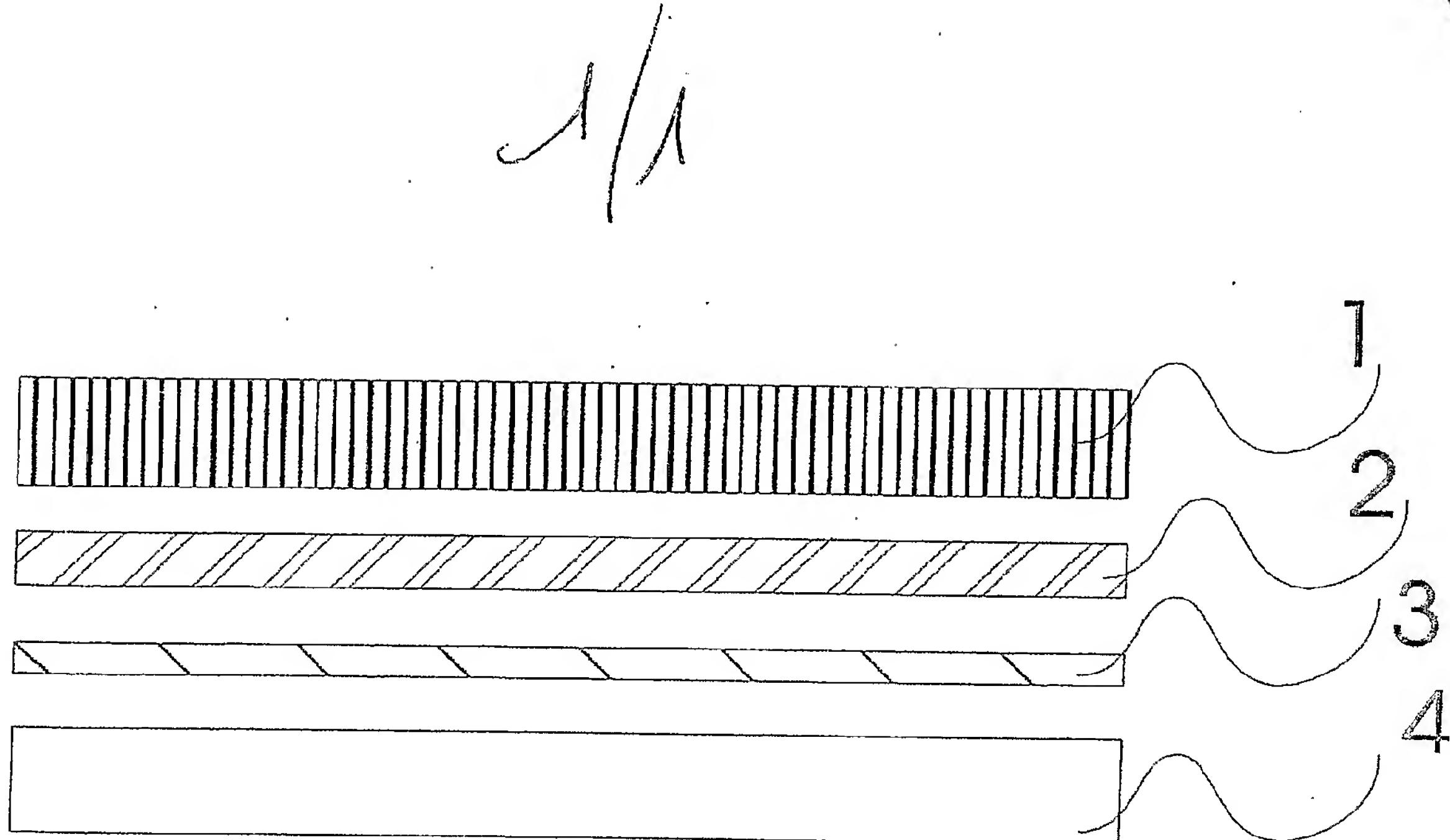
13. Pièce selon la revendication 11, dans laquelle ladite première couche comprend une première sous-couche de  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al et une seconde sous-couche polyphasée comprenant  $\tau_2$ -Ti<sub>2</sub>AlNi et  $\tau_3$ -TiAlNi.

30

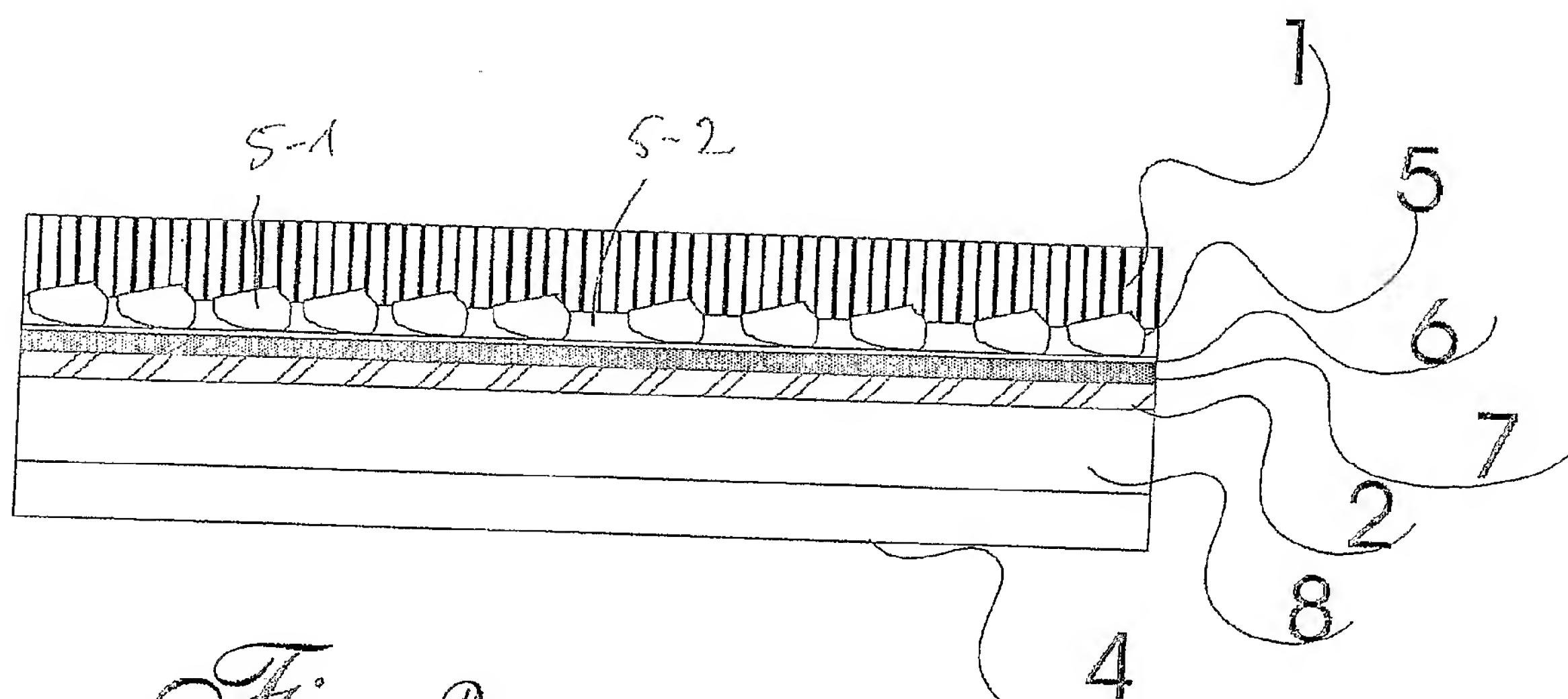
14. Pièce selon la revendication 11, dans laquelle ladite première couche comprend une première sous-couche de  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al, une seconde sous-couche de  $\tau_2$ -Ti<sub>2</sub>AlNi et une troisième sous-couche de  $\tau_3$ -TiAlNi.

35

15. Pièce selon l'une des revendications 11 à 14, dans laquelle ledit autre matériau métallique (4) est un alliage à base de nickel.



*Fig. 1*



*Fig. 2*

*J*

CABINET NETTER

*Al*

1/1

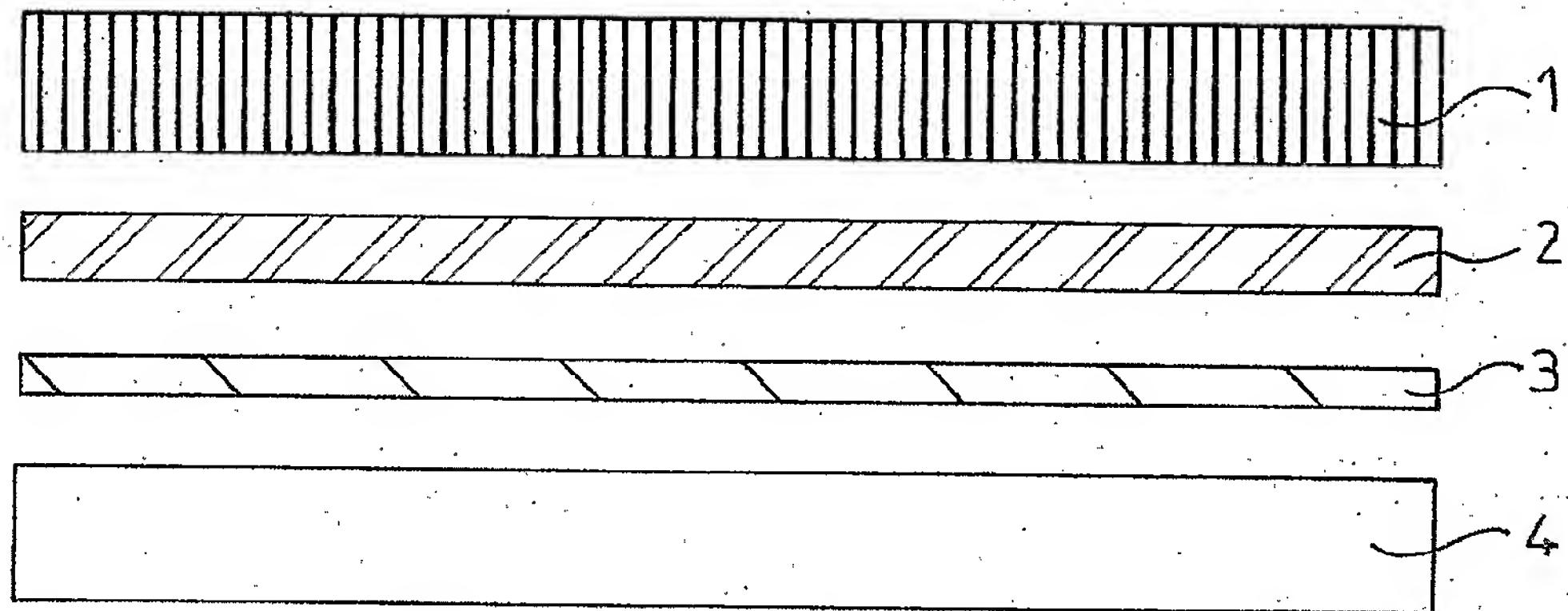


FIG.1

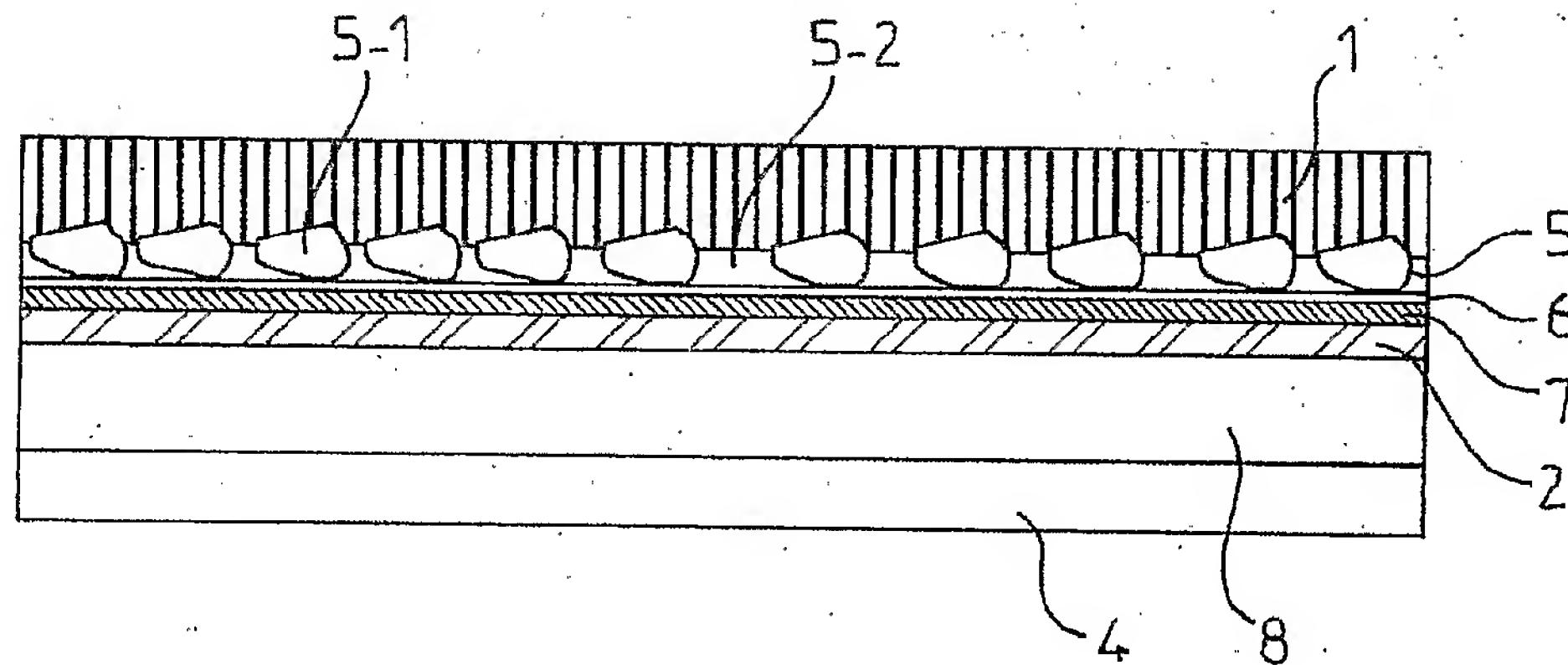


FIG.2



## DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

## BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

N° 11235\*02

## DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.../2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W /260899

Vos références pour ce dossier <i>( facultatif )</i>	ONERA 306 (120889)		
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	<i>030 9154</i>		
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de brasage d'un alliage Ti-Al			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b> ONERA (Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales)			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		HOFFMANN	
Prénoms		Carine	
Adresse	Rue	28 rue de Meyrin	
	Code postal et ville	01210	FERNEY-VOLTAIRE
Société d'appartenance <i>( facultatif )</i>			
Nom		BACOS	
Prénoms		Marie-Pierre	
Adresse	Rue	19bis rue Pasteur	
	Code postal et ville	92160	ANTONY
Société d'appartenance <i>( facultatif )</i>			
Nom		JOSSO	
Prénoms		Pierre	
Adresse	Rue	61 L'Aigle - 44 rue d'Erévan	
	Code postal et ville	92130	ISSY LES MOULINEAUX
Société d'appartenance <i>( facultatif )</i>			
<b>DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>			
Paris, le 25 juillet 2003 Jean-Claude ROUSSET n° conseil 92-1217 (B)(M)			



## DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

## BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



## DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2.../2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W /260899

Vos références pour ce dossier <i>( facultatif )</i>	ONERA 306 (120889)	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	03091124	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de brasage d'un alliage Ti-Al		
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b> ONERA (Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales)		
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).		
Nom		NAVEOS
Prénoms		Serge
Adresse	Rue	29 rue de Chateaubriand
	Code postal et ville	92290 CHATENAY-MALABRY
Société d'appartenance <i>( facultatif )</i>		
Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance <i>( facultatif )</i>		
Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance <i>( facultatif )</i>		
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> <b>(Nom et qualité du signataire)</b> Paris, le 25 juillet 2003 Jean-Claude ROUSSET n° conseil 92-1217 (B)(M)		

PCT/FR2004/001854

